

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002802

International filing date: 22 February 2005 (22.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-049093
Filing date: 25 February 2004 (25.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 17 March 2005 (17.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 4 年 2 月 2 5 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 4 - 0 4 9 0 9 3
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 4 9 0 9 3]

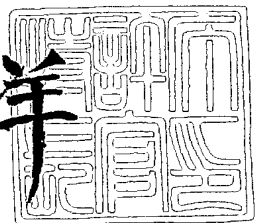
出 願 人 出 光 興 産 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 5 年 2 月 1 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川

洋



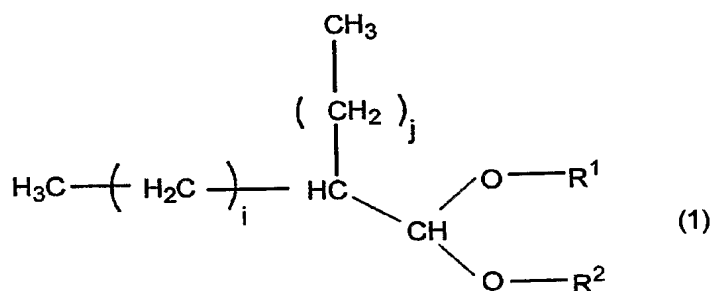
【書類名】 特許願
【整理番号】 IP104
【提出日】 平成16年 2月25日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C10M129/20
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1
 【氏名】 佐藤 治仁
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 2 4 番地 4
 【氏名】 宍倉 昭弘
【特許出願人】
 【識別番号】 000183657
 【氏名又は名称】 出光石油化学株式会社
【特許出願人】
 【識別番号】 000183646
 【氏名又は名称】 出光興産株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100078732
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大谷 保
【選任した代理人】
 【識別番号】 100081765
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 東平 正道
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 003171
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0000936
 【包括委任状番号】 0000758
 【包括委任状番号】 0000937
 【包括委任状番号】 0000761

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

下記一般式 (1)

【化 1】



(式中、 R^1 及び R^2 は、それぞれ独立に炭化水素基を示す。 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8～98 を満たす整数である。)

で表される構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

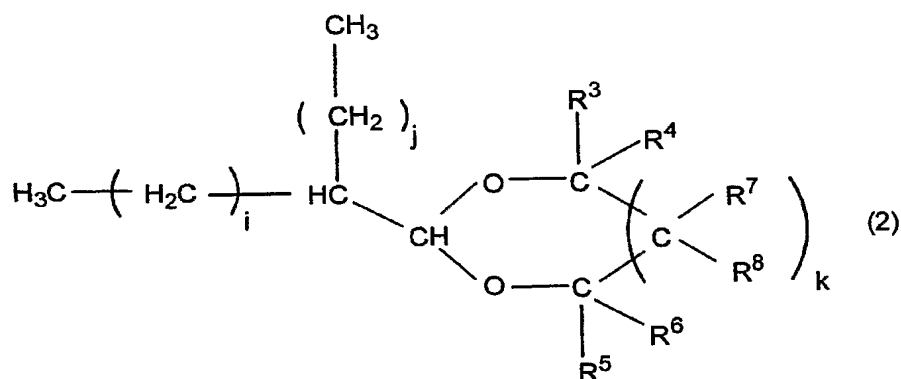
【請求項 2】

一般式 (1) において、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が 3～48 の整数である請求項 1 に記載のアルキルアセタール化合物。

【請求項 3】

下記一般式 (2)

【化 2】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 k は 0 又は 1、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8～98 を満たす整数である。)

で表され構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

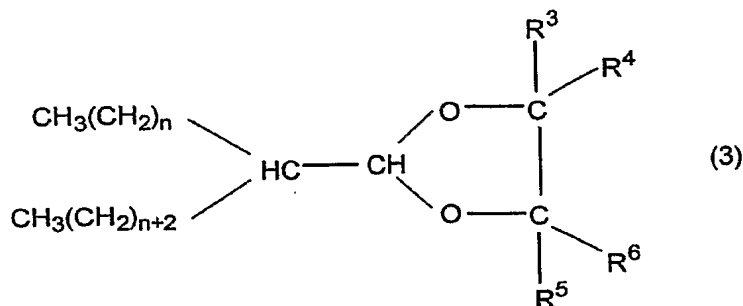
【請求項 4】

一般式 (2) において、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が 3～48 の整数である請求項 3 に記載のアルキルアセタール化合物。

【請求項 5】

下記一般式 (3)

【化 3】



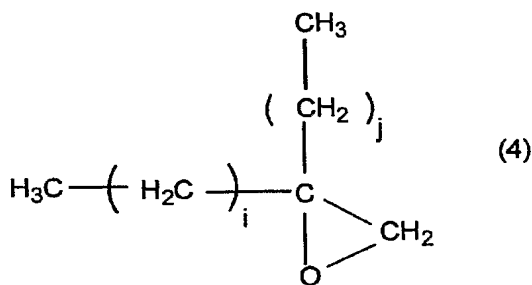
(式中、 $R^3 \sim R^6$ は、一般式 (2) における定義と同義であり、 n は 3 ~ 48 の整数である。)

で表される請求項 4 に記載のアルキルアセタール化合物。

【請求項 6】

下記一般式 (4)

【化 4】

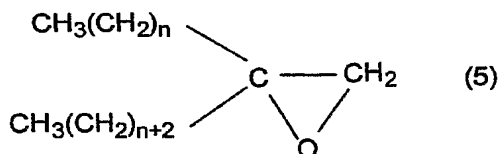


(式中、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8 ~ 98 を満たす整数である。)
で表されるエポキシド類と、アルコール類を反応させることを特徴とする請求項 1 又は 3 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

【請求項 7】

エポキシド類が、下記一般式 (5)

【化 5】

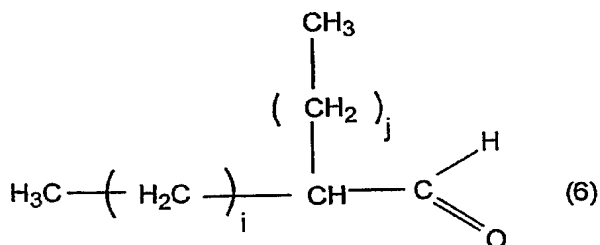


(式中、 n は 3 ~ 48 の整数である。)
で表される化合物である請求項 6 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

【請求項 8】

下記一般式 (6)

【化 6】

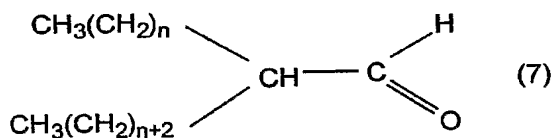


(式中、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8～98 を満たす整数である。)
 で表されるアルデヒド類と、アルコール類とを反応させることを特徴とする請求項 1 又は 3 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

【請求項 9】

アルデヒド類が、下記一般式 (7)

【化 7】

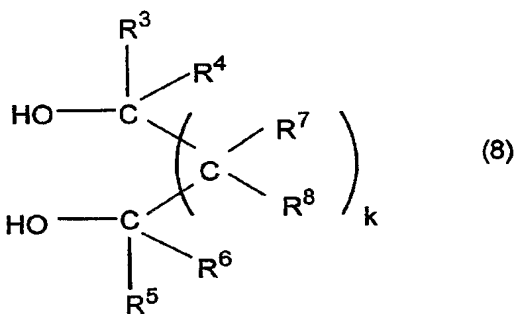


(式中、 n は 3～48 の整数である。)
 で表される化合物である請求項 8 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

【請求項 10】

アルコール類として、下記一般式 (8)

【化 8】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 k は 0 又は 1 である。)

で表されるグリコール類を用い、一般式 (2) で表されるアルキルアセタール化合物を製造する請求項 6～9 のいずれかに記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

【請求項 11】

グリコール類が、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール誘導体及び 1, 2-ブタンジオールから選ばれる化合物である請求項 10 に記載の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】アルキルアセタール化合物及びその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、潤滑油組成物、特に銅管引抜き油組成物の配合成分として好適なアルキルアセタール化合物及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

切削油、研削油、研磨油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、及びシリコンウエハの研磨・切断などの加工に用いる金属加工油は潤滑性が要求される。金属加工油としては、一般に、鉱油に各種添加剤を添加した水不溶性油剤、あるいは鉱油や合成油に各種添加剤を添加したものを水で希釈して使用する水溶性油剤が用いられている。従来、鉱油を基油とするエマルジョン系の切削油や不水系切削油等の金属加工油は、脂肪酸エステル、脂肪酸などの油性向上剤や硫黄、塩素、隣などの元素含有の極圧剤を添加して潤滑性を良くすることがなされている。しかし、塩素系極圧剤はオゾン層破壊、隣系極圧剤は廃水による富栄養化など環境に対する問題で使い難いものとなっている。さらに、潤滑性が良好であるポリエーテルは、鉱油等の炭化水素系基油との相溶性が悪いため、製品外観を均一にすることが困難である。

金属のうち、銅系金属は熱伝導性及び加工性に優れるという特徴を有し、銅系金属の用途のうち、最も規格の厳しい部類にエアーコンディショナー用熱交換器に使用される銅配管がある。一般に、このような銅管は引抜き加工により製造され、洗浄・乾燥後、焼鈍操作を経て出荷されている。この引抜き加工は、加工条件が厳しく、通常、高粘度で加工性の良好な潤滑油（油剤）を用いる必要がある。

従来、金属加工油組成物や潤滑油組成物として、水酸基3～6個の多価アルコールのアルキレンオキサイド付加物、水酸基3～6個の多価アルコールのアルキレンオキサイド付加物のハイドロカルビルエーテルから選ばれる含酸素化合物、特定のポリアルキレングリコール、特定のポリアルキレングリコールのハイドロカルビルエーテル及び炭素数2～8の2価アルコールから選ばれる含酸素化合物を含有する金属加工油組成物（例えば、特許文献1参照）、3～6価のポリオールに炭素数12～22の脂肪酸をポリオールの残存水酸基が2.0～2.5価になるように反応させた部分エステル1モルに対し、0.7～1.0モルの二塩基酸を反応させて得られる粘度3000～25000cpsのポリエステルを含む潤滑油用ポリエステル組成物（例えば、特許文献2参照）、エポキシ化脂肪酸アルキルエステルとアミン化合物との反応物を含有してなる金属加工油用添加剤を含む金属加工油組成物（例えば、特許文献3参照）、HLBが6.0以下、かつ重量平均分子量が500～30,000である特定のポリエーテルからなる金属加工油（例えば、特許文献4参照）などが開示されている。しかしながら、これらの金属加工油組成物又は潤滑油組成物組成物は、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足するものではなかった。

【0003】

【特許文献1】特開平10-8080号公報

【特許文献2】特開平8-208814号公報

【特許文献3】特開2000-186292号公報

【特許文献4】特開2003-238978号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する化合物及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

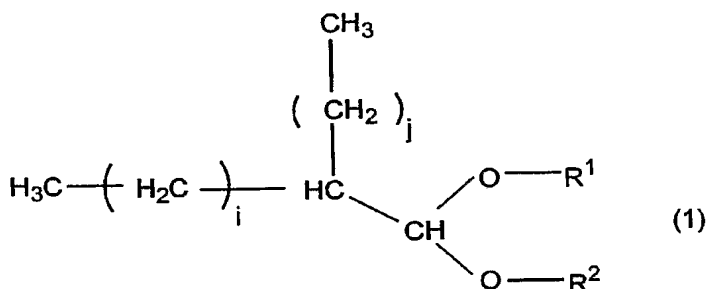
本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、アルキル基の2位に直鎖アルキル基が分岐したアルキルアセタール化合物が、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足し、例えば、ベンゾトリアゾール誘導体などと比較して高い性能を有することを見出した。本発明はかかる知見に基づいて完成したものである。

すなわち、本発明は、以下のアルキルアセタール化合物及びその製造方法を提供するものである。

1. 下記一般式(1)

【0006】

【化1】



(式中、 R^1 及び R^2 は、それぞれ独立に炭化水素基を示す。 i 及び j は、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。)

【0007】

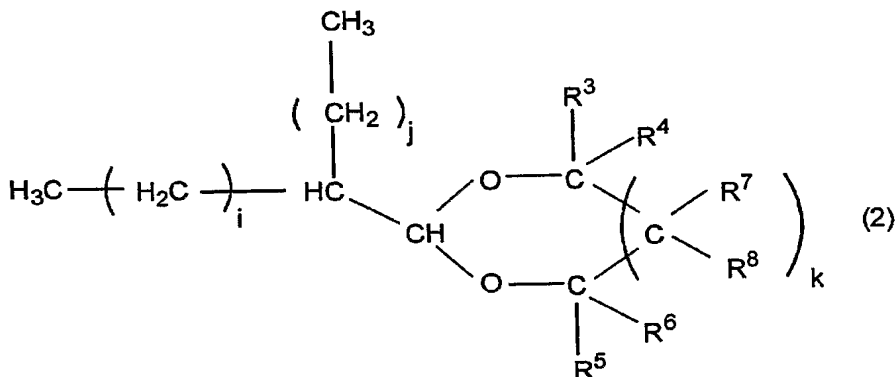
で表される構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

2. 一般式(1)において、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が3～48の整数である上記1に記載のアルキルアセタール化合物。

3. 下記一般式(2)

【0008】

【化2】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 k は0又は1、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。)

【0009】

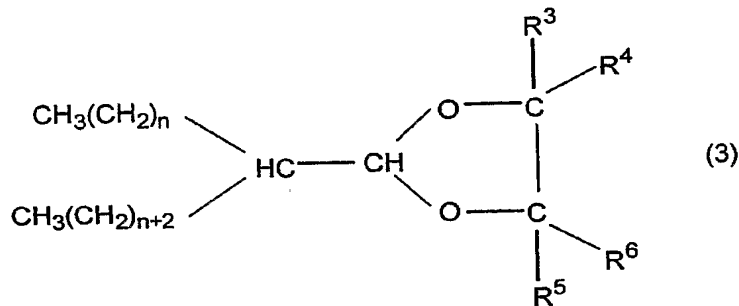
で表される構造を有することを特徴とするアルキルアセタール化合物。

4. 一般式(2)において、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が3～48の整数である上記3に記載のアルキルアセタール化合物。

5. 下記一般式(3)

【0010】

【化3】



(式中、 $R^3 \sim R^6$ は、一般式 (2) における定義と同義であり、 n は 3 ~ 48 の整数である。)

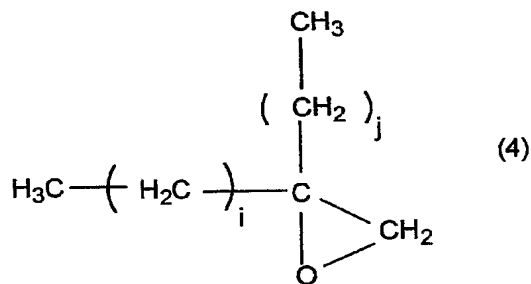
【0011】

で表される上記 4 に記載のアルキルアセタール化合物。

6. 下記一般式 (4)

【0012】

【化4】



(式中、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8 ~ 98 を満たす整数である。)

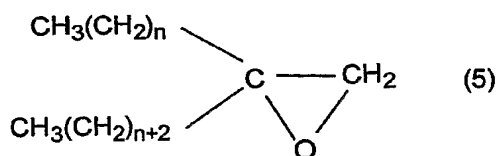
【0013】

で表されるエポキシド類と、アルコール類を反応させることを特徴とする上記 1 又は 3 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

7. エポキシド類が、下記一般式 (5)

【0014】

【化5】



(式中、 n は 3 ~ 48 の整数である。)

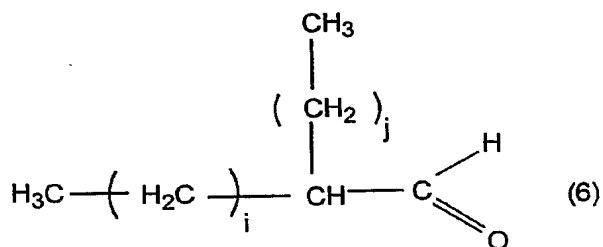
【0015】

で表される化合物である上記 6 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

8. 下記一般式 (6)

【0016】

【化6】



(式中、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が 8 ～ 98 を満たす整数である。)

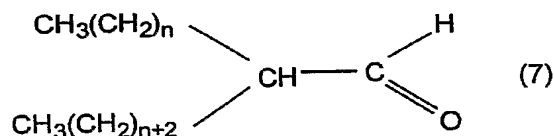
【0017】

で表されるアルデヒド類と、アルコール類とを反応させることを特徴とする上記 1 又は 3 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

9. アルデヒド類が、下記一般式 (7)

【0018】

【化7】



(式中、 n は 3 ～ 48 の整数である。)

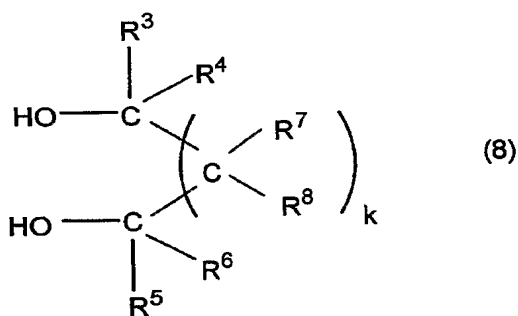
【0019】

で表される化合物である上記 8 に記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

10. アルコール類として、下記一般式 (8)

【0020】

【化8】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示す。 k は 0 又は 1 である。)

【0021】

で表されるグリコール類を用い、一般式 (2) で表されるアルキルアセタール化合物を製造する上記 6 ～ 9 のいずれかに記載のアルキルアセタール化合物の製造方法。

11. グリコール類が、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール誘導体及び 1, 2-ブタンジオールから選ばれる化合物である上記 10 に記載の製造方法。

【発明の効果】

【 0 0 2 2 】

【0022】
本発明のアルキルアセタール化合物を基油に配合することにより、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する、銅管引抜き油などとして好適な潤滑油組成物を得ることができる。

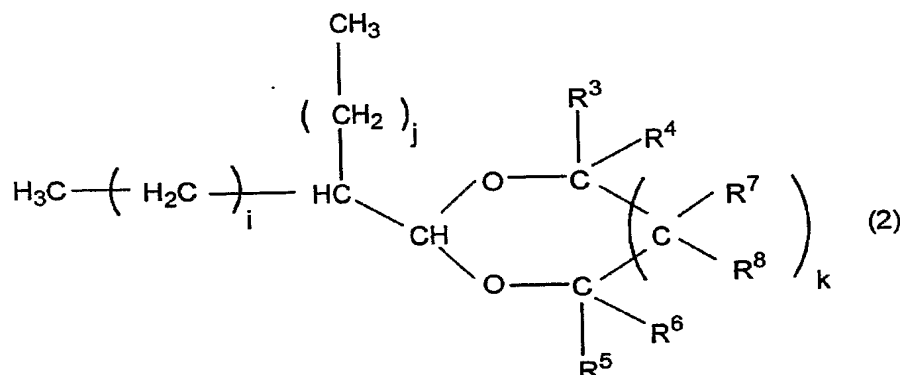
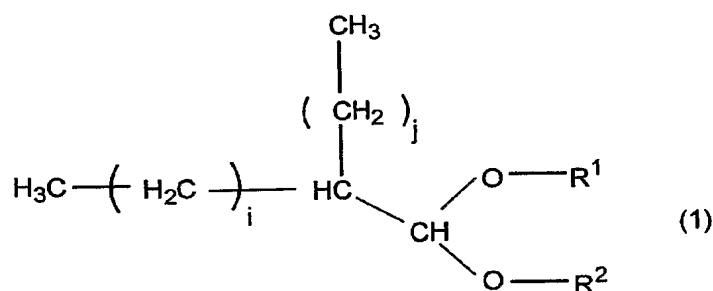
【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 2 3 】

【0023】
本発明のアルキルアセタール化合物は、文献未記載の新規な化合物であって、下記一般式（１）及び（２）で表される構造を有している。

【0024】

【化9】



【 0 0 2 5 】

【0025】
 上記一般式(1)において、 R^1 及び R^2 は、それぞれ独立に炭化水素基を示し、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が8～98を満たす整数である。一方、上記一般式(2)において、 $R^3 \sim R^8$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭化水素基を示し、 k は0又は1である。 i 及び j は上記と同様である。

上記炭化水素基としては、適当な置換基やヘテロ原子を有していてもよい全炭素数が1～20の炭化水素基を挙げることができる。また、iとjの合計としては、10～70の整数が好ましい。

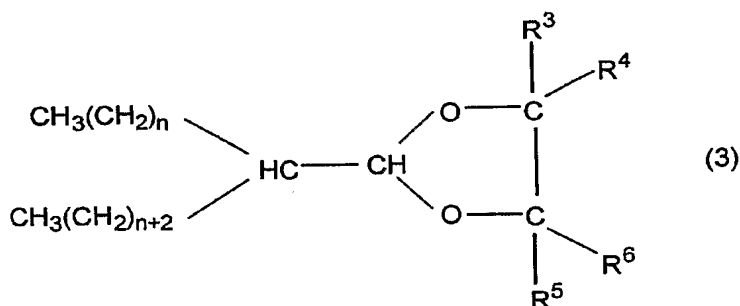
このように、本発明のアルキルアセタール化合物は、直鎖アルキル基の2位に直鎖アルキル基が分岐した構造を有するものである。

本発明において、上記一般式（１）、（２）で表されるアルキルアセタール化合物としては、製造上の容易さなどの点から、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が 3～48 の整数であることが好ましい。

また、上記一般式(2)で表されるアルキル環状アセタール化合物としては、 k が0であり、かつ i が n で、 j が $n+2$ である、下記一般式(3)

【 0 0 2 6 】

【化10】



(式中、 $R^3 \sim R^6$ は、上記と同じであり、 n は 3 ～ 48 の整数である。)

【0027】

で表されるアルキル環状アセタール化合物を好ましく挙げることができる。

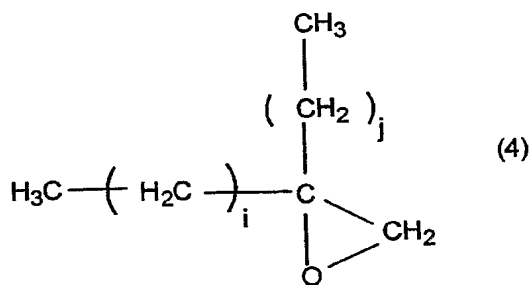
上記一般式 (2) における $R^3 \sim R^8$ 及び上記一般式 (3) における $R^3 \sim R^6$ は、アルキル環状アセタール化合物の製造に用いられるグリコール類の種類によって決定される。また、上記 n としては 3 ～ 33 の整数であることが好ましい。

上記一般式 (1) 及び (2) で表されるアルキルアセタール化合物の製造方法については特に制限はないが、以下に示す本発明の製造方法に従えば、上記アルキルアセタール化合物を効率よく製造することができる。

本発明のアルキルアセタール化合物の製造方法においては二つの態様があり、まず第 1 の態様について説明する。本発明の製造方法における第 1 の態様においては、下記一般式 (4)

【0028】

【化11】



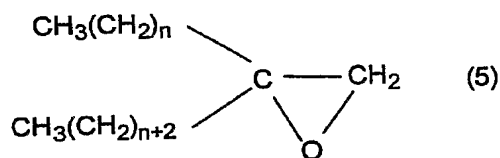
(式中、 i 及び j は上記と同じである。)

【0029】

で表されるエポキシド類と、アルコール類とを反応させて、上記一般式 (1) 又は (2) で表されるアルキルアセタール化合物を製造する。上記一般式 (4) で表されるエポキシド類としては、下記一般式 (5)

【0030】

【化12】



(式中、n は上記と同じである。)

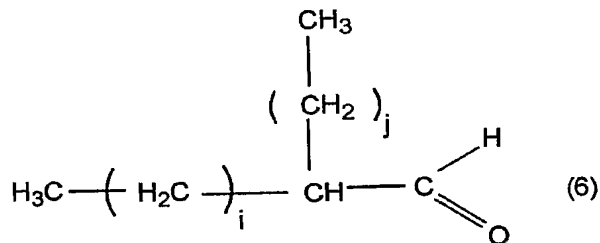
【0031】

で表される化合物が好ましい。

また、第2の態様においては、下記一般式(6)

【0032】

【化13】



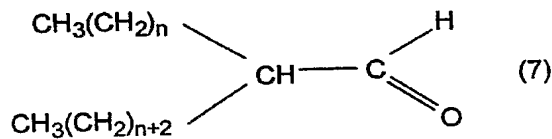
(式中、i 及び j は上記と同じである。)

【0033】

で表されるアルデヒド類と、アルコール類とを反応させて、上記一般式(1)又は(2)で表されるアルキルアセタール化合物を製造する。上記一般式(6)で表されるアルデヒド類としては、下記一般式(7)

【0034】

【化14】



(式中、n は上記と同じである。)

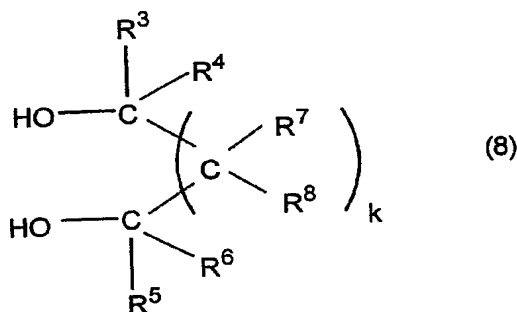
【0035】

で表される化合物が好ましい。

この第1の態様及び第2の態様において、アルコール類として、一価のアルコールを用いることにより、上記一般式(1)で表されるアルキルアセタール化合物が得られる。また、アルコール類として、下記一般式(8)

【0036】

【化15】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^8$ 及び k は上記と同じである。)

【0037】

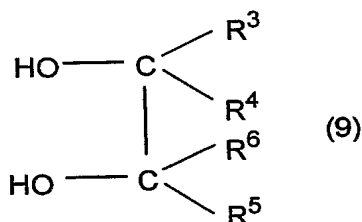
で表されるグリコール類を用いることにより、上記一般式(2)で表されるアルキル環状

アセタール化合物が得られる。

このグリコール類としては、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール、1, 3-トリメチレングリコール誘導体及び1, 2-ブタンジオールなどが好ましく用いられ、特に α , β -アルカンジオールが好ましい。この α , β -アルカンジオールとして、下記一般式(9)

【0038】

【化16】



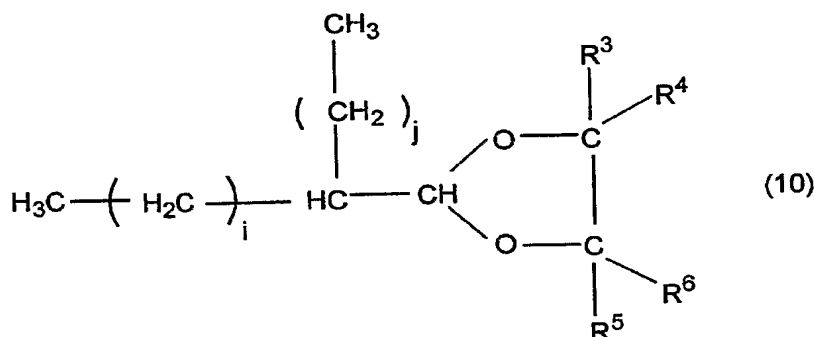
(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^6$ は上記と同じである。)

【0039】

で表される化合物を用いれば、下記一般式(10)

【0040】

【化17】



(式中、 $\text{R}^3 \sim \text{R}^6$ 、 i 及び j は上記と同じである。)

【0041】

で表されるアルキル環状アセタール化合物が得られる。この一般式(10)において、 i が n で、 j が $n+2$ であり、かつ n が 3~48 に整数ある場合には、上記一般式(3)で表されるアルキル環状アセタール化合物となる。

上記一般式(9)で表される α , β -アルカンジオールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1, 2-ブタンジオールなどが好ましく用いられる。

上記第1の態様の場合、上記一般式(4)で表されるエポキシド類と、アルコール類との反応においては、反応温度は、通常0~200℃程度、好ましくは20~140℃である。また、反応時間は、通常1~48時間程度、好ましくは4~5時間である。

また、上記第2の態様の場合、上記一般式(6)で表されるアルデヒド類としては、ガーベットアルコールを酸化クロム等の酸化剤で酸化処理し、合成して得られるガーベットアルヒド、上記エポキシド類から合成したアルデヒドが好ましい。

例えば、アルデヒド類としてガーベットアルデヒドを用い、アルコール類としてエチレングリコールを用いた場合、微量の硫酸を含有するエチレングリコールを、通常50~200℃程度、好ましくは50~140℃に加温し、攪拌しながら、ガーベットアルデヒドをゆっくりと滴下し、滴下後、通常1~48時間程度、好ましくは4~5時間攪拌してか

ら、反応を停止し、反応物を分液すると、上層からアルキル環状アセタール化合物を取り出すことができる。

【0042】

本発明のアルキルアセタール化合物は、基油に配合することにより、焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する、銅管引抜き油などの金属加工油として好適な組成物を与えることができる。この場合、本発明のアルキルアセタール化合物のうち、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランが好ましい。基油としては、鉱油及び/又は合成油を用いることができる。この鉱油や合成油については、一般に潤滑油の基油として用いられているものであればよく、特に制限はないが、金属加工油としての性能の点から、40℃における動粘度が $10 \sim 3,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ の範囲にあるものが好ましい。またこの基油の低温流動性の指標である流動点については特に制限はないが、-10℃以下であるのが好ましい。

このような鉱油、合成油は各種のものがあり、用途などに応じて適宜選定すればよい。鉱油としては、例えばパラフィン系鉱油、ナフテン系鉱油、中間系鉱油などが挙げられ、具体例としては、溶剤精製または水添精製による軽質ニュートラル油、中質ニュートラル油、重質ニュートラル油、ブライトストックなどを挙げることができる。

一方、合成油としては、例えば、ポリ α -オレフィン、 α -オレフィンコポリマー、ポリブテン、ポリイソブチレン、非水溶性ポリアルキレングリコール、アルキルベンゼン、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、ヒンダードエステル、シリコンオイルなどを挙げることができる。これらの基油は、それぞれ単独で、あるいは二種以上を組み合わせ使用することができ、鉱油と合成油を組み合わせ使用してもよい。

本発明においては、40℃における動粘度が $10 \sim 3,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ の範囲にある、ポリブテン、ポリイソブチレン及び非水溶性ポリアルキレングリコールなどの易熱分解性ポリマーが好ましい。易熱分解性ポリマーに、本発明のアルキルアセタール化合物を配合した潤滑油組成物は、金属の加工において焼鈍特性（易熱分解性、低残油性、無変色作用）と潤滑特性（低摩擦性）とをより満足させるものである。特に、銅系金属に特異的に作用し、脂肪酸エステル系添加剤を配合した場合と同等以上の吸着膜を形成し、高温域においても低摩擦係数を維持することができる。また、潤滑特性のみを特に要求し、焼鈍特性の要求がそれほど大きくはない加工の場合には、上記鉱油などを使用すればよい。

【0043】

当該潤滑油組成物において、本発明のアルキルアセタール化合物の配合量は、組成物基準で、通常1質量%以上であり、加工方法や加工条件に応じて適宜調整することができる。例えば、純銅系の冷間圧延等の場合には1～15質量%程度が適当であり、銅管の引抜き加工の場合には、5～30質量%程度が好ましい。

当該潤滑油組成物には、通常、潤滑油剤としての基本的な性能を維持するために、本発明の効果を阻害しない範囲で、安定化剤、油性剤、極圧剤、分散剤、腐食防止剤、酸化防止剤及び消泡剤などの公知の添加剤を適宜添加することができる。これらの添加剤の全添加量は、組成物基準で、通常0.01～20質量%の範囲である。

【実施例】

【0044】

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなら限定されるものではない。

【実施例1】（アルキル環状アセタール化合物である2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成）

（1）2-オクチル-1-ドデセンの合成

窒素置換した内容積5Lの三口フラスコに、1-ドデセン3.0kg、メタロセン錯体であるジルコノセンジクロライド0.9g（3ミリモル）及びメチルアルモキサン（アルベマール社製、A1換算で8ミリモル）を順次添加し、室温（約20℃）において攪拌を行った。反応液は黄色から赤褐色に変化した。反応を開始してから48時間経過後、メタ

ノールで反応を停止させ、続いて濃度 2 質量%の塩酸水溶液を反応液に添加し、有機層を洗浄した。次に有機層を真空蒸留し、沸点 120~125℃/26.7 Pa (0.2 Torr) の留分 (デセン二量体) 2.5 kg を得た。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、二量体の濃度は 99 質量%であり、二量体中のビニリデンオレフィン比率は 97 質量%であった。

(2) 2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの合成

内容積 2 L の三口フラスコに、上記 (1) で合成したデセン二量体 300 g とトルエン 500 mL を加え、混合した。この混合物の温度を 70℃ に保ち、濃度 30 質量%の過酸化水素水 150 g、濃硫酸 0.5 g 及び蟻酸 20 g を添加した。同温度で 1.5 時間攪拌を行った後、反応物を水 500 mL に注ぎ、さらに有機層を水洗した。有機層は再びフラスコに移し、濃度 30 質量%の過酸化水素水 150 g、濃硫酸 0.5 g 及び蟻酸 20 g を添加した。そして、温度 70℃ で 1.5 時間攪拌を続けた後、分液して有機層を取出し、水洗し、乾燥処理を施した。そして、溶媒のトルエンを減圧留去し、濃縮液体 302 g を得た。この濃縮物をガスクロマトグラフィーで分析したところ、2-オクチル-1, 2-エポキシドデカンの含有率は 94% であった。

【0045】

(3) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物の合成

滴下ロート及び還流器を備えた内容積 500 mL の三口フラスコに、エチレングリコール (広島和光 (株) 製、特級試薬) 200 mL と濃硫酸 (濃度 96 質量%以上) 2 g を加え、内容物を 80℃ に昇温し、同温度で攪拌しながら、上記 (2) で合成した 2-オクチル-1, 2-エポキシドデカン 42.5 g (0.143 モル) をゆっくりと (8 時間かけて) 滴下した。滴下後、1 時間攪拌してから、降温した。反応物を分液し、上層を水洗し、乾燥処理を施して、純度 71 質量%のアルキル環状アセタール化合物である 2-長鎖分岐アルキル (炭素数 19) -1, 3-ジオキソラン化合物 57.4 g (収率 79.3 モル%) を得た。

【0046】

(4) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物の構造解析

上記 (3) で合成した 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン 10.0 g をヘキサンに溶解し、これをシリカゲル 200 g 充填したカラム (移動相: ヘキサン) で展開した。ヘキサンを 2 L 展開させた後、ヘキサン: ジエチルエーテル = 95:5 (容量比) の混合液 1 L でさらに展開を行った。混合液を用いた段階で、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物が流出した。流出物を濃縮し、純度 85 質量%のジオキソラン化合物 7.4 g を単離した。

このようにして、純度を向上させた 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物を $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$ 、二次元 NMR (2D-COSY: Correlation Spectroscopy/2D-HMQC: Hetero Nuclear Multi Quantum Coherence/2D-INADEQUATE: Incredible Natural Abundance Double Quantum Transfer Experiment) にかけて解析を行い、1, 3-ジオキソラン化合物の構造を把握した。

図 1 に、 $^1\text{H-NMR}$ 解析による 1, 3-ジオキソラン化合物の水素原子の符号を示し、図 2 に、 $^{13}\text{C-NMR}$ 解析による 1, 3-ジオキソラン化合物の炭素原子の符号を示す。

1, 3-ジオキソラン化合物についての詳細解析を図 3、図 4 及び図 5 に示す。図 3 は、 $^1\text{H-NMR}$ のデータプロファイルであり、水素原子の化学シフトを示す。図 4 及び図 5 は、 $^{13}\text{C-NMR}$ のデータプロファイルであり、炭素原子の化学シフトを示す。 $^1\text{H-NMR}$ (図 3) には、各プロトン (水素原子) のカップリングの値も示す。

上記 (3) で合成した 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物において、水素原子及び炭素原子が如何に結合しているかについては、図 6~12 に従って、順次解析を行ったところ、上記 (3) で合成した化合物は図 1 及び図 2 に示す 1, 3-ジオキソ

ラン構造であることが分かった。

【 0 0 4 7 】

図6は、2D-COSY法による解析結果を示す図である。図6から、a (1H) はd (1H) とスピン結合していることがわかる。

$$-\text{CH}(\text{d})-\text{CH}(\text{a})-$$
$$a; 4.77 \text{ ppm (d)}, J_{\text{H}} = 4.3 \text{ Hz}$$
$$d; 1.57 \text{ ppm (m)}, J_{\text{H}} = 4.3 \text{ Hz}$$

また、 $b(2H)$ は $c(2H)$ とスピン結合していることがわかる。

$$-\text{OCH}_2(\text{b}, \text{c})\text{CH}_2(\text{b}, \text{c})\text{O}-$$

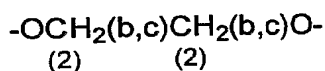
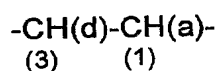
b ; 3 . 9 4 p p m (m) , J H = 7 . 0 H z

$$c; 3.83 \text{ ppm (m)}, J_H = 7.0 \text{ Hz}$$

図 7 は、2D-HMQC 法による解析結果を示す図である。図 7 から、(1) の CH 炭素は a (1 H) とスピン結合していることがわかる。また、(2) の CH₂ 炭素は b (2 H) 及び c (2 H) とスピン結合し、その強度は (1) の 2 倍であることがわかる。(3) の CH 炭素は d (1 H) とスピン結合していることがわかる。これらの結果から、下記のユニット構造が存在することがわかる。

【 0 0 4 8 】

【化 1 8】

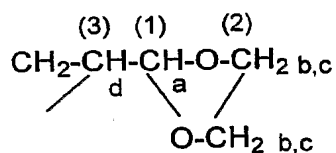


【 0 0 4 9 】

【0049】
図8は、2D-HMBC法による解析結果を示す図である。図8から、(1)のCH炭素はb, cプロトンと遠隔スピン結合($^3J_{CH}$)し、(2)のCH₂炭素はaプロトンと遠隔スピン結合($^3J_{CH}$)していることがわかる($^3J_{CH}=3\sim9\text{ Hz}$)。これらの結果から次のユニット構造が存在することがわかる。

【 0 0 5 0 】

【化 1 9】

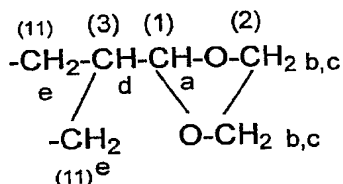


【 0 0 5 1 】

図9は、2D-HMBCによる解析結果を示す図である。図9から、(11)のCH₂炭素はαプロトンと遠隔スピン結合(³J_{CH})していることがわかる。これらの結果から、次のユニット構造が存在することがわかる。

【 0 0 5 2 】

【化20】



【0053】

図10は、2D-INADEQUATEによる解析結果を示す図である。図10から、(1)のCH炭素は(3)のCH炭素と結合し、(14)のCH₃炭素は(13)のCH₂炭素と結合していることがわかる。

図11は、2D-INADEQUATE法による解析結果を示す図である。図11から、(3)のCH炭素は(11)のCH₂炭素と結合している。(11)のCH₂炭素は(12)のCH₂炭素と結合し、(12)のCH₂炭素は(5)のCH₂炭素と結合し、(14)のCH₃炭素は(13)のCH₂炭素と結合し、(13)のCH₂炭素は(4)のCH₂炭素と結合し、(4)のCH₂炭素は(10)のCH₂炭素と結合していることがわかる。

図12は図11の部分拡大図である。

【0054】

【実施例2】 (2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成)

(1) 2-オクチル-1-ドデシルアルデヒドの合成

内容積1Lの三口フラスコに、2-オクチル-1-ドデカノール (Aldrich製、商品番号46, 448-1) 200g (0.67モル) と酸化クロム (VI) (関東化学社製、商品番号07355-00) 23gを加えた。反応混合物を室温において18時間攪拌した後、反応温度を2時間かけて60℃まで徐々に上げ、同温度で4時間攪拌を行った。反応後、固形物をろ過し、反応物を濃度5質量%の炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄し、乾燥させた。次に、反応物を減圧蒸留し、125~135℃ [減圧度13.3Pa (0.1 Torr)] の留分112g (粗収率56%) を採取した。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、2-オクチル-1-ドデシルアルデヒドの含有率は78%であった。

(2) 2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソランの合成

滴下ロート及び還流器を備えた内容積500mLの三口フラスコに、エチレングリコール (広島和光 (株) 特級試薬) 200mL と濃硫酸 (96質量%以上) 2g加え、内容物を60℃に昇温し、同温度で攪拌しながら、上記(1)で調製した2-オクチル-1-ドデシルアルデヒド42.5g (0.143モル) をゆっくりと (15時間かけて) 滴下した。滴下後、5時間攪拌してから、降温した。反応物は分液し、上層を水洗し、乾燥させた。このような操作により、反応生成物 (濃縮物) を49.5g得た。

次に、反応生成物20.0gをヘキサンに溶解し、これをシリカゲル200g充填したカラム (移動相: ヘキサン) で展開した。さらに、ヘキサン: ジエチルエーテル=95:5 (容量比) の混合液1Lで展開を行った。そして、2-長鎖分岐アルキル (炭素数19)-1, 3-ジオキソラン化合物 (実施例1と同一化合物) を10.2g (収率49.3モル%) を得た。

【0055】

【応用例1】 (ジオキソラン化合物の潤滑特性試験)

潤滑油基油としてポリイソブチレン (40℃における動粘度: 850mm²/s) 85質量部を用い、これに、実施例1(3)で合成した2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン化合物15質量部を配合し、金属加工用潤滑油組成物を調製した。また、比較のため、上記と同様のポリイソブチレン85質量部にステアリン酸ブチル15質量部を配合し、金属加工用潤滑油組成物を調製した。これらの潤滑油組成物について、下記要領で潤滑油特性を評価したところ、摩擦係数は、2-長鎖分岐アルキル-1, 3-ジオキソラン

化合物を配合した潤滑油組成物が 0.13、ステアリン酸ブチルを配合した潤滑油組成物が 0.28 であった。この結果から、2-長鎖分岐アルキル-1,3-ジオキソラン化合物を配合した潤滑油組成物は、摩擦係数が著しく改善され、金属加工用潤滑油組成物として好適であることがわかる。

【0056】

[バウデン試験条件]

試験機: 往復摺動摩擦試験機

試験荷重: 4.9 N

摺動速度: 20 mm/s

試験温度: 150 °C

摺動距離: 50 mm

摺動回数: 50 回

試験片 (板): C-1220

試験片 (ボール): SUJ2

評価項目: 50 回摺動時の摩擦係数

【産業上の利用可能性】**【0057】**

本発明のアルキルアセタール化合物は、基油に配合することにより、特に銅管引抜き油として好適な潤滑油組成物を与えることができる。

【図面の簡単な説明】**【0058】**

【図1】¹H-NMR解析による1,3-ジオキソラン化合物の水素原子の符号を示す図である。

【図2】¹³C-NMR解析による1,3-ジオキソラン化合物の炭素原子の符号を示す図である。

【図3】1,3-ジオキソラン化合物の詳細解析における¹H-NMRのデータプロファイルを示すグラフである。

【図4】1,3-ジオキソラン化合物の詳細解析における¹³C-NMRのデータプロファイルを示すグラフである。

【図5】1,3-ジオキソラン化合物の詳細解析における¹³C-NMRのデータプロファイルを示すグラフである。

【図6】1,3-ジオキソラン化合物の2D-COSY法による解析結果を示す図である。

【図7】1,3-ジオキソラン化合物の2D-HMQC法による解析結果を示す図である。

【図8】1,3-ジオキソラン化合物の2D-HMBC法による解析結果を示す図である。

【図9】1,3-ジオキソラン化合物の2D-HMBCによる解析結果を示す図である。

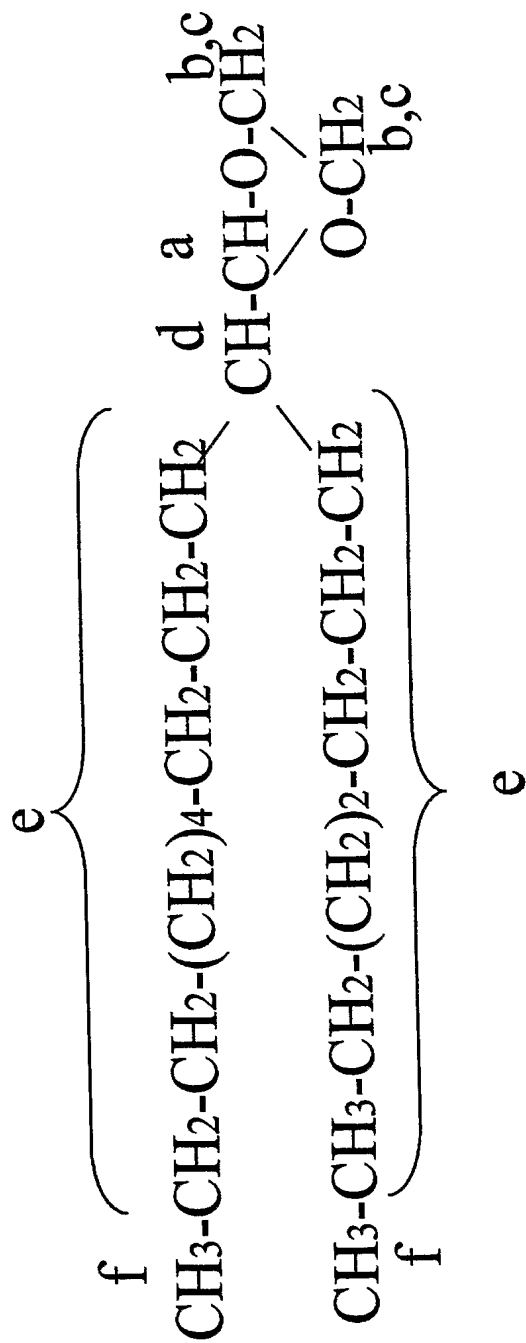
【図10】1,3-ジオキソラン化合物の2D-INADEQUATEによる解析結果を示す図である。

【図11】1,3-ジオキソラン化合物の2D-INADEQUATE法による解析結果を示す図である。

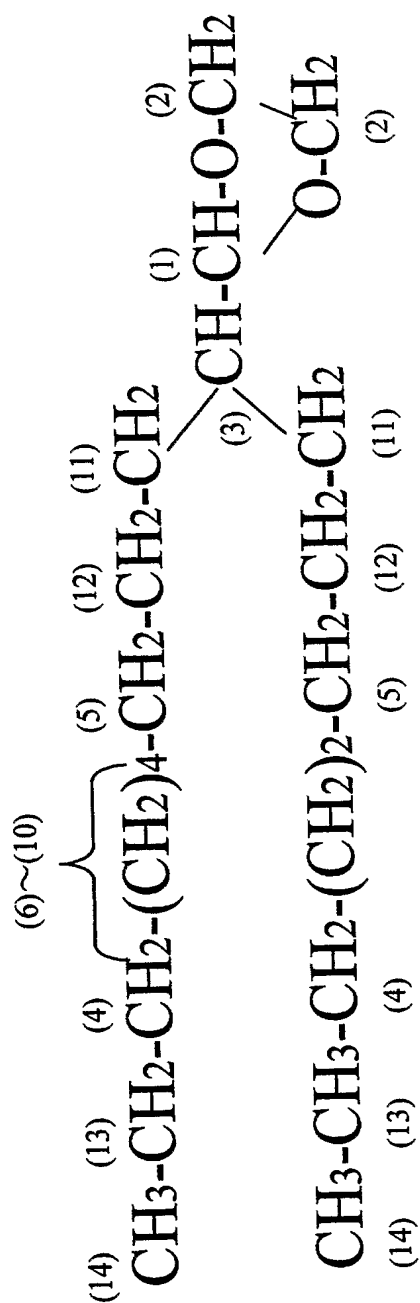
【図12】図11の部分拡大図である。

【書類名】 図面

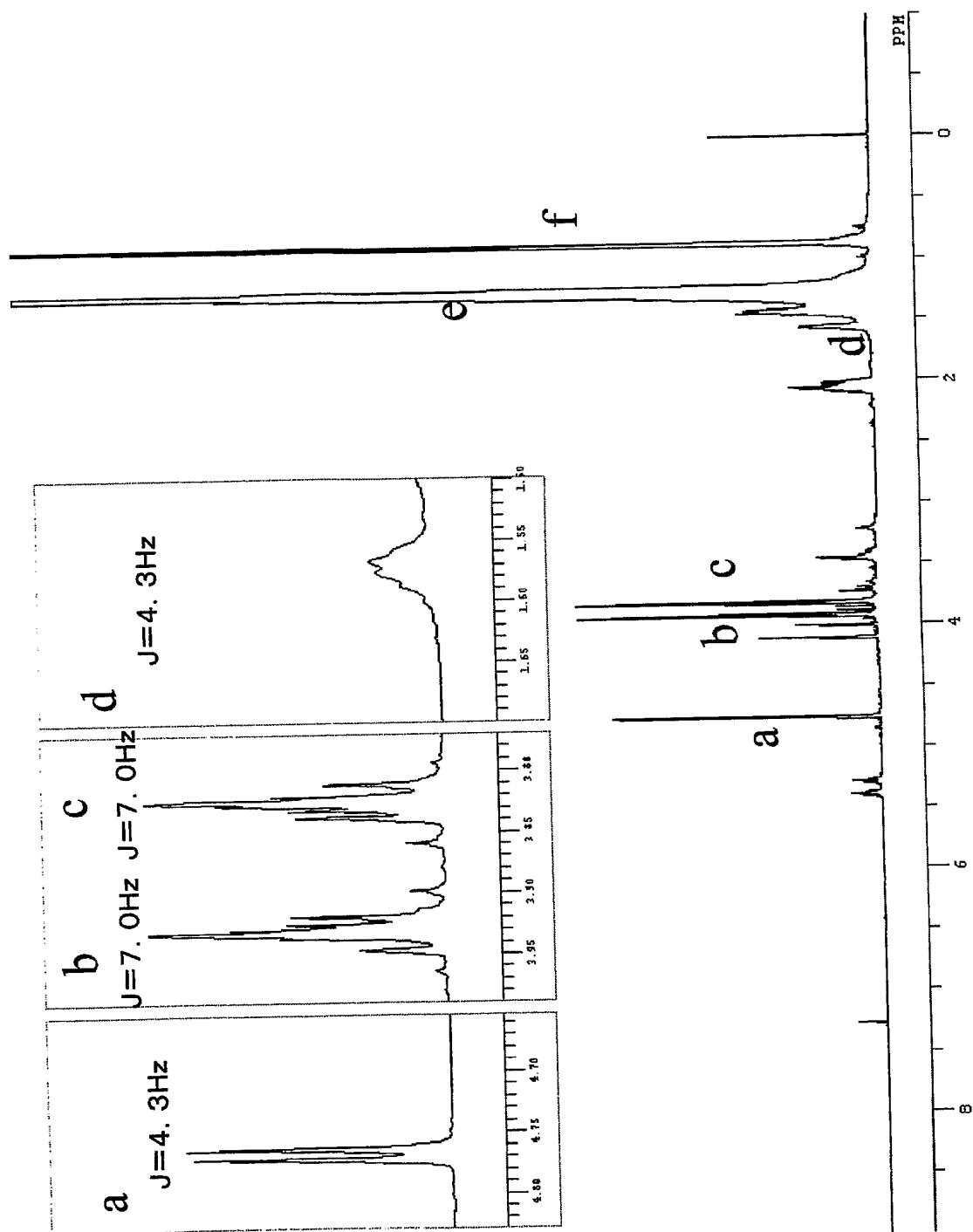
【図 1】



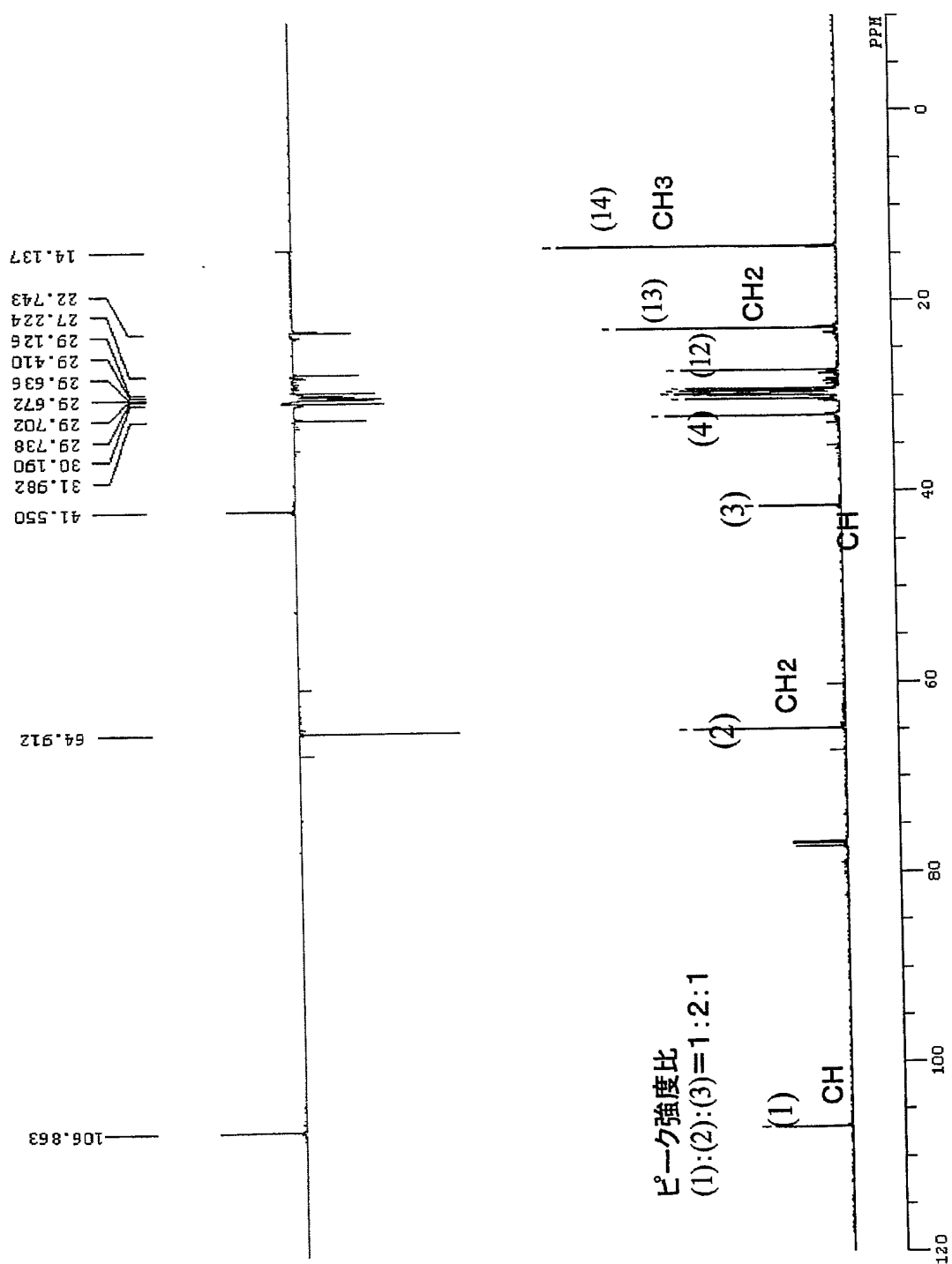
【図 2】



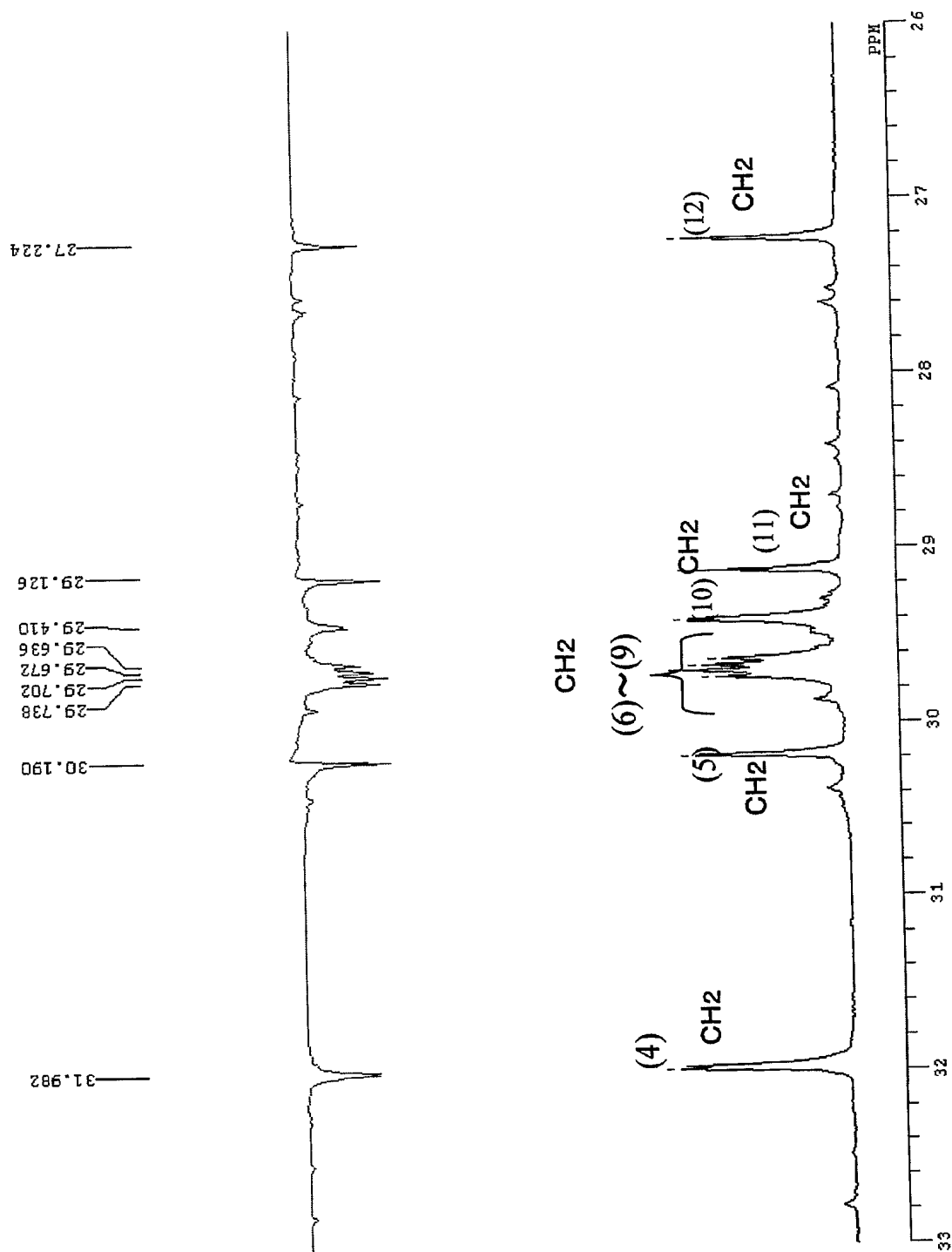
【図 3】



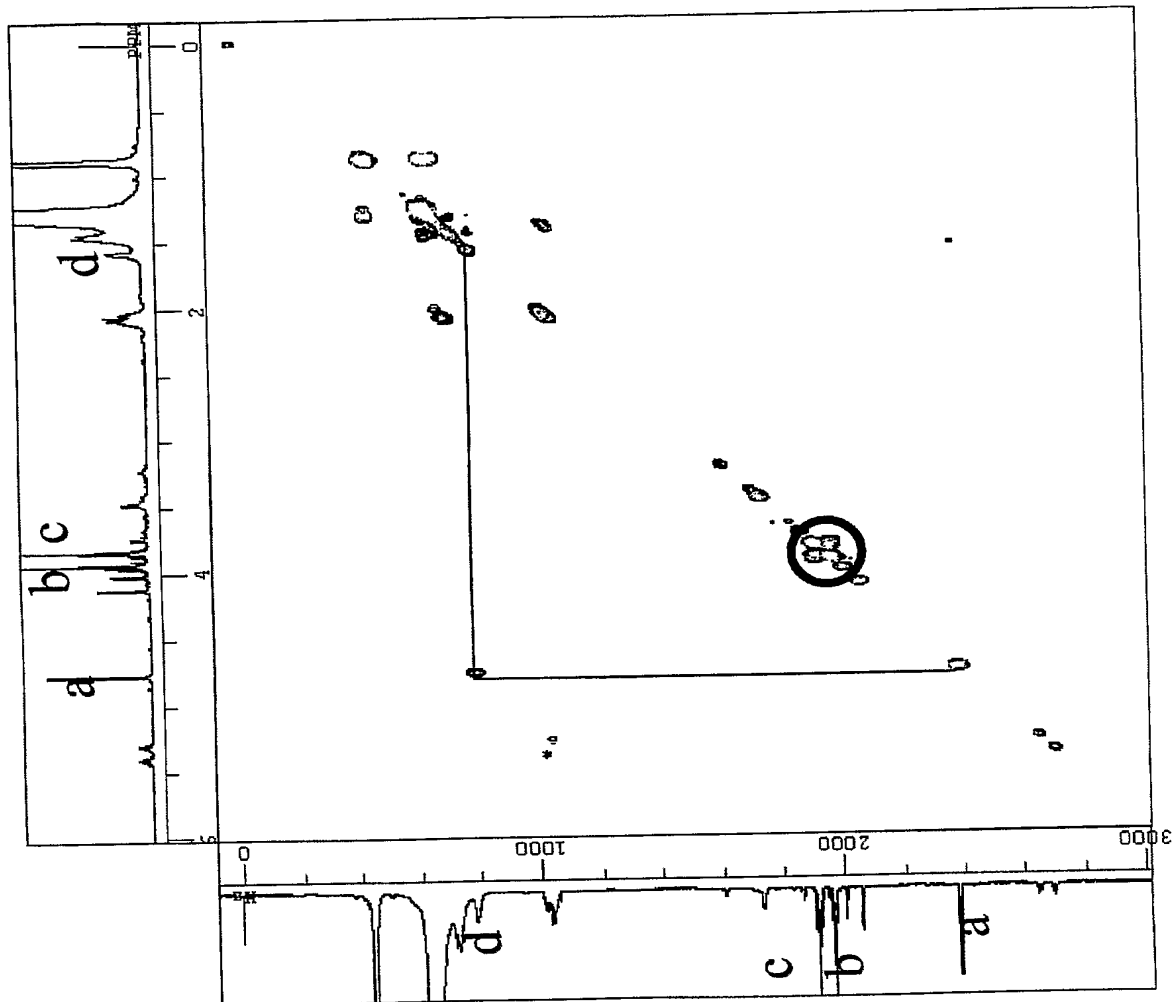
【図 4】



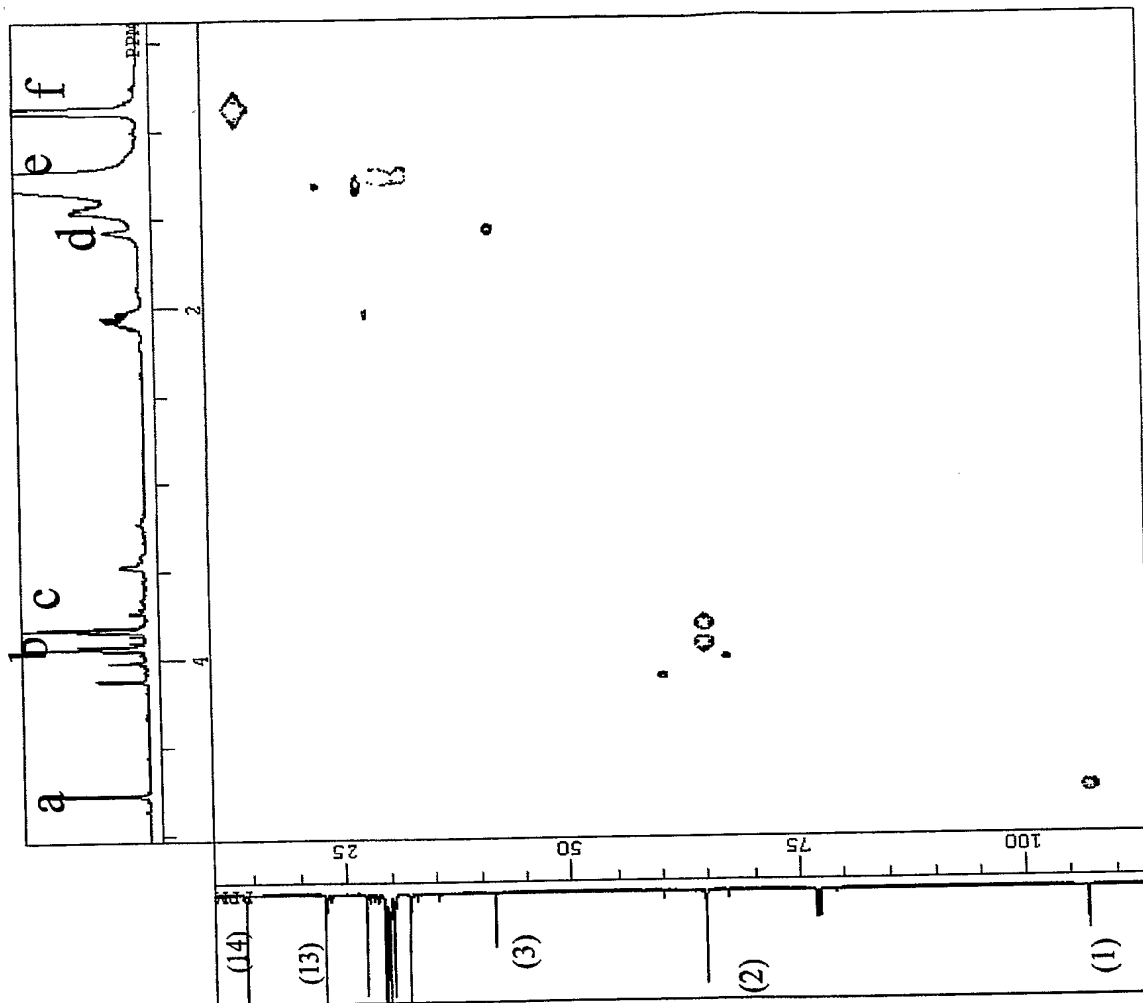
【図 5】



【図6】



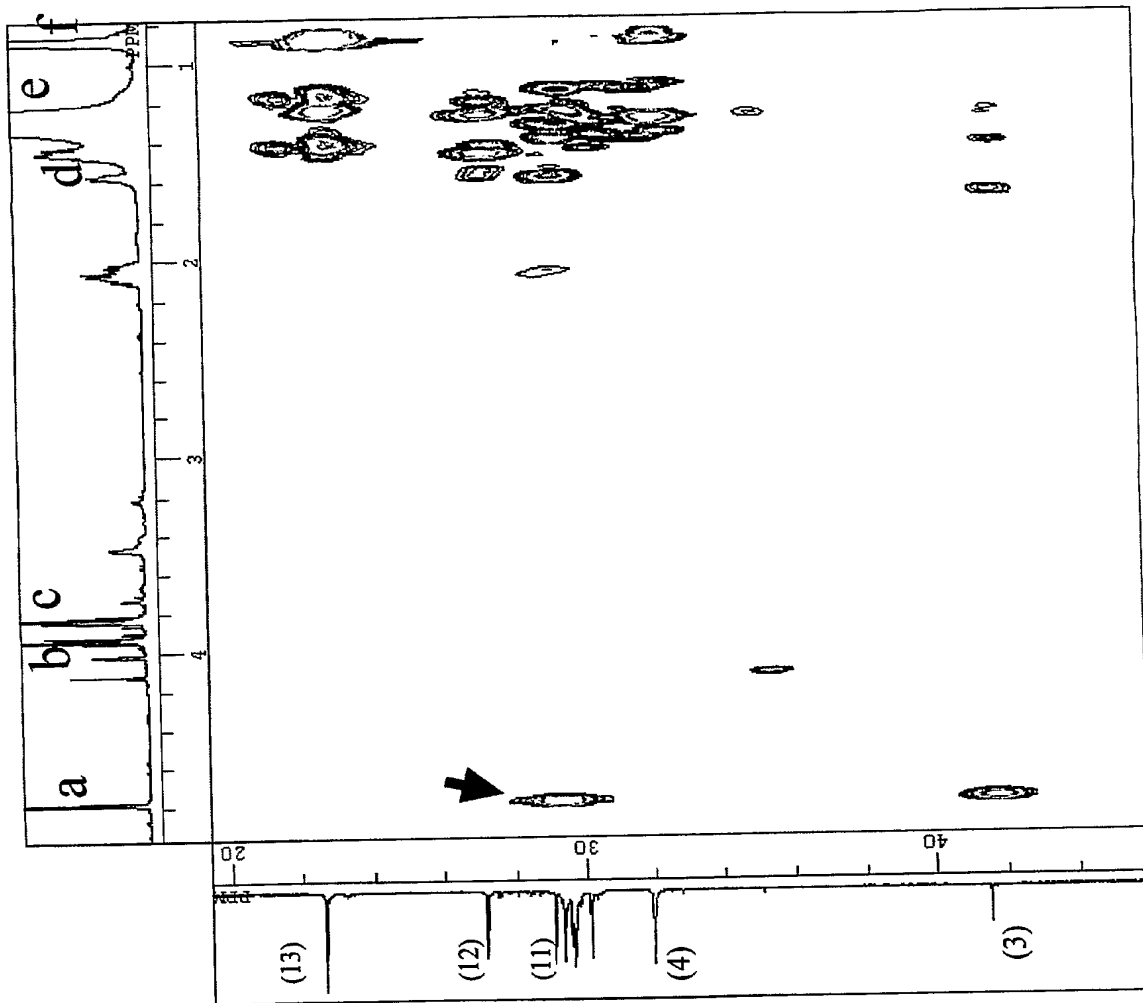
【図 7】



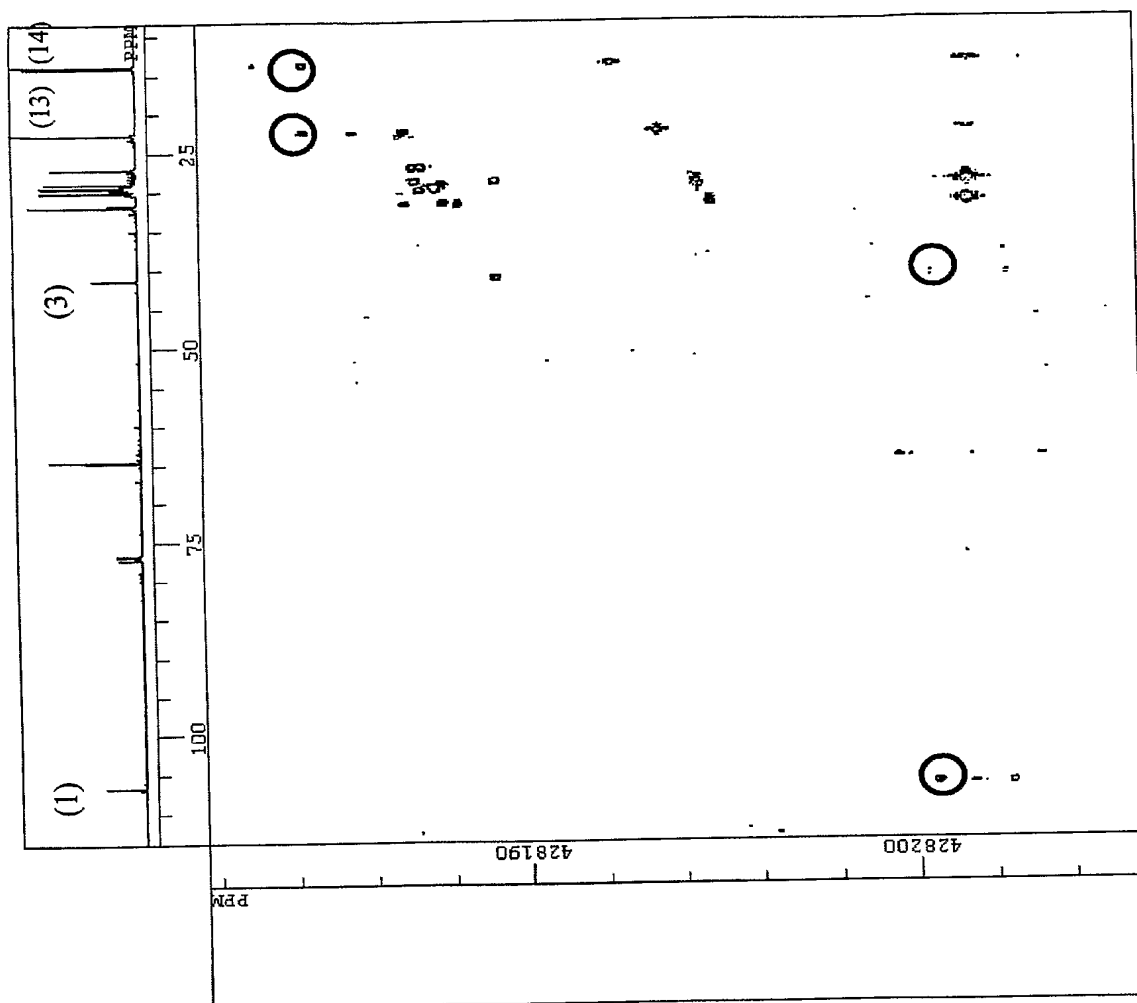
【図 8】



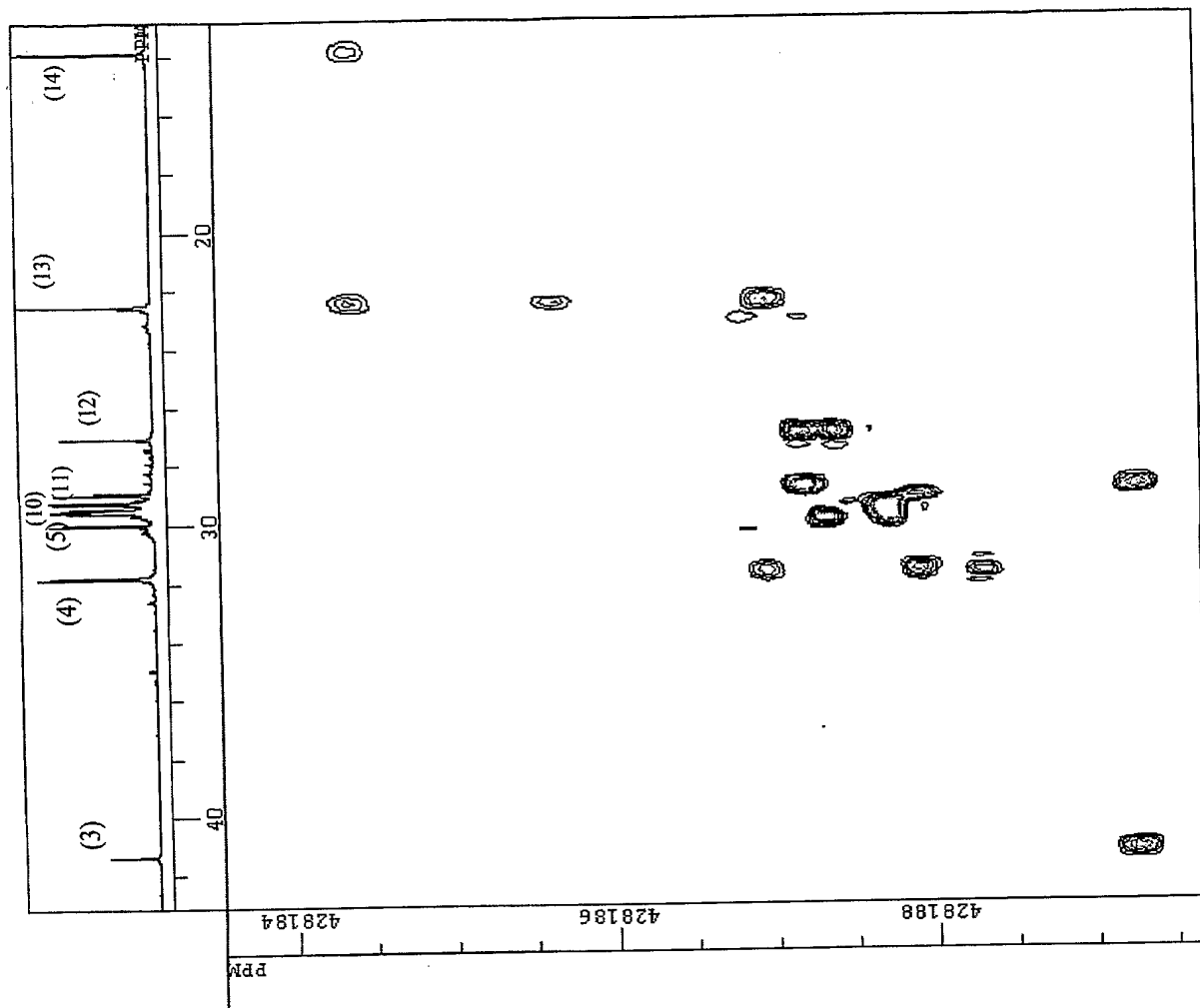
【図 9】



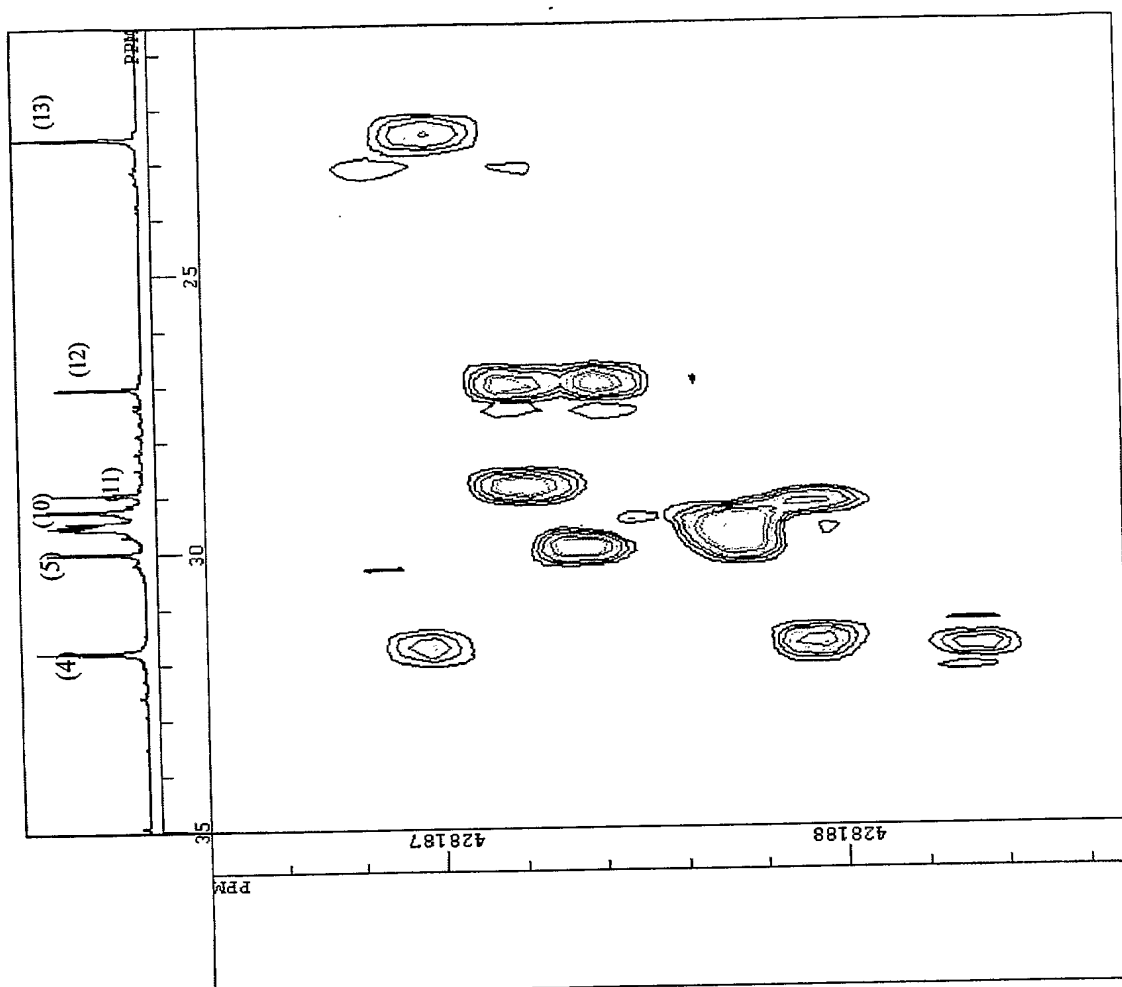
【図 10】



【図 11】



【図 12】



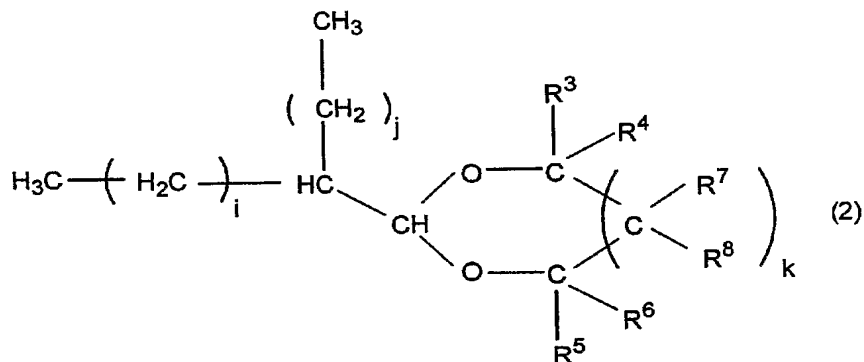
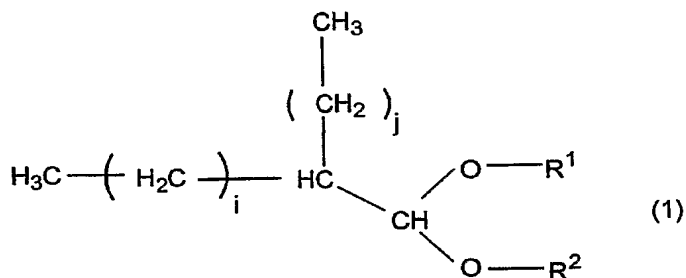
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 焼鈍特性と潤滑特性を同時に満足する化合物及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 下記一般式（１）及び下記一般式（２）で表される構造を有するアルキルアセタール化合物である。

【化 1】



(R^1 及び R^2 は炭化水素基、 $R^3 \sim R^8$ は水素原子又は炭化水素基を示し、 i 及び j は、それぞれ両者の合計が $8 \sim 98$ を満たす整数、 k は 0 又は 1 である。)

【選択図】 なし

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【整理番号】 IP104
【提出日】 平成16年12月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2004- 49093
【承継人】
【識別番号】 000183646
【氏名又は名称】 出光興産株式会社
【承継人代理人】
【識別番号】 100078732
【弁理士】
【氏名又は名称】 大谷 保
【提出物件の目録】
【物件名】 承継人であることを証明する書面 1
【援用の表示】 特許第 1 8 7 3 6 2 9 号（他 9 8 件）に関する「合併による移転
登録申請書」（平成 1 6 年 9 月 3 0 日提出）
【物件名】 被承継人の住所を証明する書面 2
【援用の表示】 特許第 1 8 7 3 6 2 9 号（他 9 8 件）に関する「合併による移転
登録申請書」（平成 1 6 年 9 月 3 0 日提出）
【包括委任状番号】 0000937

特願 2 0 0 4 - 0 4 9 0 9 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 6 5 7]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 6 月 3 0 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都墨田区横網一丁目 6 番 1 号

氏 名

出光石油化学株式会社

特願 2 0 0 4 - 0 4 9 0 9 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 8 3 6 4 6]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区丸の内 3 丁目 1 番 1 号

氏 名 出光興産株式会社